

1/5/1

DIALOG(R)File 351:DERWENT WPI

(c) 1999 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

009433585

WPI Acc No: 93-127099/199316

XRAM Acc No: C93-056476

Perfume releasing tablets e.g. for addn. to laundry wash and rinse liquors - comprising perfume oil, sorbitol as carrier and a gas releasing combination of (bi)carbonate and acid, giving stable abrasion resistance tablets

Patent Assignee: HENKEL KGAA (HENK)

Inventor: KRUSE H; SANDKUEHLER P; VOELKEL T

Number of Countries: 018 Number of Patents: 003

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
DE 4133862	A1	19930415	DE 4133862	A	19911012	C11D-003/50	199316 B
EP 537584	A1	19930421	EP 92116973	A	19921005	C11D-003/50	199316
WO 9308255	A1	19930429	WO 92EP2300	A	19921005	C11D-003/50	199318

Priority Applications (No Type Date): DE 4133862 A 19911012

Cited Patents: 2.Jnl.Ref; DE 3931129; EP 401454; JP 61083300; JP 61278394; JP 61278454

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
--------	------	-----	----	--------------	-------------	--------

EP 537584	A1	G	5			
-----------	----	---	---	--	--	--

Designated States (Regional): PT

WO 9308255	A1	G	15			
------------	----	---	----	--	--	--

Designated States (National): JP US

Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LU MC NL SE

Abstract (Basic): DE 4133862 A

Fragrance-contg. tablets contain sorbitol as carrier and a gas-developing system consisting of a carbonate and/or bicarbonate and an acid.

USE/ADVANTAGE - The tablets are resistant to breaking and abrasion, are not sensitive to atmospheric humidity, and disintegrate rapidly in cold water to release their perfume. The tablets are esp. useful for addn. to textile washing and rinsing baths to impart a pleasant fragrance both to the wash and rinse liquors and to the laundered textiles. The gas developing system is pref. a combination of NaHCO₃ and citric acid. The tablets contain 3-15 (esp. 5-10) wt.% perfume oil, 15-40 (esp. 20-35) wt.% sorbitol, 20-70 (esp. 40-65) wt.% of the gas developing system, 0-5 (esp. 1-2) wt.% microcrystalline cellulose and 0-5 (esp. 0.1-2) wt.% emulsifier.

Title Terms: PERFUME; RELEASE; TABLET; ADD; LAUNDER; WASHING; RINSE; LIQUOR ; COMPRISE; PERFUME; OIL; SORBITOL; CARRY; GAS; RELEASE; COMBINATION; BI; CARBONATE; ACID; STABILISED; ABRASION; RESISTANCE; TABLET

Derwent Class: D25

International Patent Class (Main): C11D-003/50

International Patent Class (Additional): C11D-017/00; D06F-039/00

File Segment: CPI

This Page Blank (uspto)

1/5/1

DIALOG(R)File 345:Inpadoc/Fam.& Legal Stat
(c) 1999 European Patent Office. All rts. reserv.

11072953

Basic Patent (No,Kind,Date): DE 4133862 A1 930415 <No. of Patents: 001>

PATENT FAMILY:

GERMANY (DE)

Patent (No,Kind,Date): DE 4133862 A1 930415

DUFTSTOFFE ENTHALTENDE TABLETTE (German)

Patent Assignee: HENKEL KGAA (DE)

Author (Inventor): KRUSE HANS-FRIEDRICH (DE); SANDKUEHLER PETER DR
(DE); VOELKEL THEODOR (DE)

Priority (No,Kind,Date): DE 4133862 A 911012

Applic (No,Kind,Date): DE 4133862 A 911012

IPC: * C11D-003/50; C11D-017/00; D06F-039/00

CA Abstract No: ; 119(10)098507U

Derwent WPI Acc No: ; C 93-127099

Language of Document: German

?t sl/39

1/39/1

DIALOG(R)File 345:Inpadoc/Fam.& Legal Stat
(c) 1999 European Patent Office. All rts. reserv.

11072953

Basic Patent (No,Kind,Date): DE 4133862 A1 930415 <No. of Patents: 001>

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applic No	Kind	Date
DE 4133862	A1	930415	DE 4133862	A	911012 (BASIC)

Priority Data (No,Kind,Date):

DE 4133862 A 911012

PATENT FAMILY:

GERMANY (DE)

Patent (No,Kind,Date): DE 4133862 A1 930415

DUFTSTOFFE ENTHALTENDE TABLETTE (German)

Patent Assignee: HENKEL KGAA (DE)

Author (Inventor): KRUSE HANS-FRIEDRICH (DE); SANDKUEHLER PETER DR
(DE); VOELKEL THEODOR (DE)

Priority (No,Kind,Date): DE 4133862 A 911012

Applic (No,Kind,Date): DE 4133862 A 911012

IPC: * C11D-003/50; C11D-017/00; D06F-039/00

CA Abstract No: ; 119(10)098507U

Derwent WPI Acc No: ; C 93-127099

Language of Document: German

GERMANY (DE)

Legal Status (No,Type,Date,Code,Text):

DE 4133862	P	911012	DE AE	DOMESTIC APPLICATION (PATENT APPLICATION) (INLANDSANMELDUNG (PATENTANMELDUNG))
			DE 4133862 A	911012
DE 4133862	P	930415	DE A1	LAYING OPEN FOR PUBLIC INSPECTION (OFFENLEGUNG)
DE 4133862	P	940811	DE 8127	NEW PERSON/NAME/ADDRESS OF THE APPLICANT (AENDERUNG IN PERSON, NAMEN ODER WOHNORT DES ANMELDERS)
				FREYTAG VON LORINGHOVEN, ANDREAS, GRASSE, FR
DE 4133862	P	940811	DE 8128	NEW PERSON/NAME/ADDRESS OF THE AGENT (AENDERUNG IN PERSON, NAMEN ODER WOHNORT DES VERTRETERS)
				STURIES, H., DIPL.-PHYS. DR.-ING. EICHLER, P., DIPL.-ING., PAT.-ANWAELTE, 42289 WUPPERTAL
DE 4133862	P	981210	DE 8110	REQUEST FOR EXAMINATION

This Page Blank (uspto)

PARAGRAPH 44 (EINGANG VON PRUEFUNGSANTRAGEN
PAR. 44)

This Page Blank (uspto)

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 41 33 862 A 1**

⑤1 Int. Cl. 5:
C 11 D 3/50
C 11 D 17/00
D 06 F 39/00

⑥

DE 41 33 862 A 1

②1 Aktenzeichen: P 41 33 862.6
②2 Anmeldetag: 12. 10. 91
④3 Offenlegungstag: 15. 4. 93

⑦1 Anmelder:
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

⑦2 Erfinder:
Kruse, Hans-Friedrich, 4052 Korschenbroich, DE;
Sandkühler, Peter, Dr., 4010 Hilden, DE; Völkel,
Theodor, 4006 Erkrath, DE

⑤4 Duftstoffe enthaltende Tablette

⑤7 Die Tabletten enthalten als Trägermaterial Sorbit und zusätzlich ein bei Berührung mit Wasser Gas entwickelndes System aus Carbonat und Säure. Sie sind auch bei hohen Gehalten an Parfümöl abriebstabil und bruchfest und kleben nicht. Hauptanwendungsgebiet ist die Textilwäsche, bei der die Tabletten den Wasch- oder Spüllaugen zugesetzt werden.

DE 41 33 862 A 1

Die vorliegende Erfindung betrifft Tabletten als Träger für Duftstoffe, sowie ein Verfahren zur Herstellung derartiger Tabletten.

Bei der Textilwäsche, vor allem im Haushaltsbereich, ist es heute üblich, den Waschmitteln und Nachspülmitteln geringe Mengen an Parfümsubstanzen zuzumischen, die dazu dienen, der Wasch- oder Spüllauge selbst, aber auch dem mit der Wasch- oder Spüllauge behandelten Textilgut einen angenehmen Duft zu verleihen. Statt dieses Parfüm dem Wasch- oder Spülmittel zuzusetzen, ist in der deutschen Offenlegungsschrift 39 11 363 vorgeschlagen worden, den Duftstoff getrennt vom Wasch- oder Spülmittel in Form von Tabletten oder Kapseln zu portionieren und ihn in dieser Form der Wasch- oder Spüllauge zuzusetzen. Die Kapseln enthalten dabei den Duftstoff in flüssiger Form zusammen mit einem Emulgator, während die Tabletten neben dem Duftstoff noch Füll- und Trägerstoff, beispielsweise Natrium-Aluminium-Silikat oder Cyclodextrin, enthalten müssen. Weitergehende Einzelheiten über die Herstellung und die Zusammensetzung geeigneter Tabletten sind in dieser Druckschrift nicht enthalten.

Der genauen Zusammensetzung der Tablette kommt jedoch eine entscheidende Bedeutung zu, wenn die Aufgabe besteht, eine größere Menge eines flüssigen Duftstoffes in eine feste Form zu überführen. Tabletten für den oben genannten Zweck sollen einerseits bei der Lagerung druckstabil und bruchfest sein, andererseits bei Anwendung schnell in kaltem Wasser vollständig zerfallen und den Duftstoff freisetzen. Übliche Füll- und Trägerstoffe, auch die in der DE 39 11 363 genannten, erwiesen sich für die Herstellung derartiger Duftstofftabletten als ungeeignet.

Überraschenderweise wurde jetzt eine Kombination von Träger- und Hilfsstoffen gefunden, die es erlaubt, Duftstofftabletten herzustellen, die alle genannten Forderungen erfüllen.

Gegenstand der Erfindung ist eine Duftstoffe enthaltende Tablette, die gekennzeichnet ist durch einen Gehalt an Sorbit als Trägermaterial und einen Gehalt an einem Gas entwickelnden System aus Carbonat und/oder Bicarbonat und einer Säure. Vorzugsweise besteht das Gas entwickelnde System aus der Kombination von Natriumhydrogencarbonat und Zitronensäure.

Die erfindungsgemäßen Tabletten lassen sich mit außergewöhnlich hohem Anteil an Duftstoffen herstellen, ohne daß beim Pressen der Tabletten Flüssigkeit austritt oder die Tabletten klebrig werden.

Die Tabletten sind bruchfest und abriebstabil und wenig empfindlich gegenüber Luftfeuchtigkeit. Dagegen lösen sich die Tabletten in kaltem Wasser innerhalb weniger Minuten vollständig auf und hinterlassen bei Anwendung in einer Wasch- oder Spüllauge keine sichtbaren Rückstände auf den behandelten Textilien.

Bei den in den erfindungsgemäßen Tabletten enthaltenen Duftstoffen handelt es sich vorwiegend um Parfümöle die aus mehreren chemischen Verbindungen zusammengesetzt sind. Erfindungsgemäß können diese Einzelverbindungen aus den verschiedensten chemischen Klassen ausgewählt werden, da die erfindungsgemäß verwendeten festen Zuschlagstoffe gegenüber nahezu allen derartigen Verbindungen chemisch weitgehend inert sind. Andererseits hat die Zusammensetzung der Parfümöle praktisch keinen Einfluß auf die Eigenschaften der erfindungsgemäßen Tablette. Zur Beduftung von Textilien werden vorzugsweise Parfümöle ver-

wendet, die gegenüber den enthaltenden Fasermaterialien eine gewisse Substantivität aufweisen. Der Gehalt an Duftstoffen in den Tabletten kann in weiten Grenzen variiert und damit dem Bedarf und der möglichen Tablettengröße angepaßt werden. Vorzugsweise liegt der Gehalt an Duftstoff in den Tabletten zwischen etwa 3 und etwa 15 Gew.-%, insbesondere zwischen etwa 5 und etwa 10 Gew.-%.

Der erfindungsgemäß als Trägersubstanz verwendete Sorbit wird zur Herstellung der Tabletten in feinteiliger, möglichst saugfähiger Form eingesetzt. Vorzugsweise liegt die mittlere Teilchengröße des Sorbits zwischen etwa 200 und 800 µm. Vorzugsweise enthalten die Tabletten zwischen etwa 15 und 40 Gew.-%, insbesondere zwischen 20 und 35 Gew.-%, an Sorbit.

Bei dem in den Tabletten enthaltenen gasentwickelnden System handelt es sich um eine Kombination aus wenigstens einer festen Säure und einem wasserlöslichen Carbonat. Vorzugsweise werden als feste Säuren Carbonsäuren, beispielsweise Weinsäure, Zitronensäure oder Glykolsäure, eingesetzt, doch ist es, wenn säurestabile Duftstoffe verwendet werden, auch möglich, stärkere Säuren, beispielsweise Amidosulfonsäure oder Natriumhydrogensulfat, einzusetzen. Als lösliche Carbonate werden in erster Linie Alkalicarbonate und hier wiederum bevorzugt die Natriumcarbonate, insbesondere Natriumhydrogencarbonat, eingesetzt. Das Verhältnis von Säure zu Carbonat wird vorzugsweise so gewählt, daß mindestens die zur vollständigen Freisetzung des Kohlendioxids notwendige Säuremenge in der Tablette vorhanden ist. Säure und Carbonat werden vorzugsweise in sehr feinteiliger Form zur Herstellung der Tabletten eingesetzt. Die mittlere Korngröße liegt insbesondere zwischen etwa 100 und etwa 200 µm. Die Menge an gasentwickelndem System, die in der Tablette verwendet wird, bestimmt in gewissen Grenzen die Zerfallsgeschwindigkeit der Tablette im Wasser. Vorzugsweise liegt deshalb der Gehalt zwischen 20 und 70 Gew.-%, insbesondere zwischen 40 und 65 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Tablette.

Neben den genannten Inhaltsstoffen können die Tabletten weitere Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten, mit denen beispielsweise die Herstellbarkeit oder auch einzelne Eigenschaften der Tablette bei der Lagerung und Anwendung noch weiter verbessert werden können. So kann beispielsweise durch Zusatz von mikrokristalliner Zellulose der Zerfall und die Auflösung der Tablette schneller und gleichmäßiger gestaltet und die Bruchfestigkeit erhöht werden. Üblich sind Zusätze von bis zu 5 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 1 und 2 Gew.-%, an mikrokristalliner Zellulose. Überraschenderweise führt dieser wasserunlösliche Zusatz im Gegensatz zu vielen anderen wasserunlöslichen Tablettierhilfsmitteln nicht zu Rückständen auf der Wäsche. Zur gleichmäßigeren Verteilung des Duftstoffes in der Waschlauge bei geringer Laugenbewegung können den Tabletten geringe Mengen an Emulgatoren, beispielsweise Lecithin oder nichtionische Tenside, zugesetzt werden. Üblich sind Mengen bis zu etwa 5 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,1 und 2 Gew.-%. Andere mögliche Hilfs- und Zusatzstoffe sind beispielsweise Bindemittel, Gleitmittel, Farbstoffe und, für den Einsatz der Tabletten im Spülgang, kationische oder nichtkationische Weichspülmittel.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Tabletten wird der Sorbit allein oder in Kombination mit einem oder mehreren weiteren festen Bestandteilen der Tablette in einem schonend arbeitenden Mischer vorgelegt und darin unter Bewegung mit dem Duftstoff be-

sprüht. Unter weiterem Mischen werden die restlichen Bestandteile der Tablette zugegeben und nach erfolgter Homogenisierung das Gemisch einer Tablettenpresse zugeführt. Als Mischaggregate eignen sich beispielsweise Patterson Kelley P-K Twin Shell Blender, Lödige Pflugschärmischer, Forberg Mischer und Trommelmischer unterschiedlichster Bauausführung, von denen der Forberg F-20 Mischer besonders bevorzugt wird. Das Verpressen der Tabletten kann auf einer Exzenterpresse erfolgen, doch sind ebensogut Rundläufer oder hydraulisch arbeitende Pressen geeignet. Um eine vorzeitige Kohlendioxidentwicklung zu vermeiden, geht man bei der Herstellung der Tabletten von weitgehend wasserfreien Rohstoffen aus und arbeitet nach Möglichkeit unter kontrollierten Klimabedingungen bei niedriger relativer Luftfeuchtigkeit. Größe und Form der Tablette lassen sich weitgehend den verschiedensten Bedürfnissen anpassen. Für den Einsatz im Haushaltswaschprozeß werden Tablettengewichte zwischen 5 und 40 g bevorzugt. Die Verpackung der Tabletten wird vorzugsweise so gewählt, daß die Tabletten auch bei längerer Lagerung vor den Einflüssen hoher Luftfeuchtigkeit geschützt sind.

Beispiele

Es wurden Tabletten der folgenden Zusammensetzung hergestellt (Angaben in Gew.-%):

	1	2	3	4
Parfümöl	5,0	5,0	5,0	10,0
Sorbit	30,0	31,8	31,5	25,0
Lecithin	0,2	0,2	—	0,2
Avicell PH 102*)	1,8	—	1,8	1,8
Zitronensäure	27,2	27,2	27,2	27,2
NaHCO ₃	35,8	35,8	35,8	35,8
Plurafac**)	—	—	0,5	—

*) mikrokristalline Zellulose

**) schaumarmes, nichtionisches Tensid

Alle Tabletten der einzelnen Beispiele hatten ein Gewicht von 20 g bei einer Dichte von 1,3 g/cm³ und einem Durchmesser von 38 mm. Die Herstellung erfolgte zunächst in einem Forberg F20-Mischer wobei in den Beispielen 1 bis 3 der Sorbit allein mit dem Duftstoff besprüht wurde, während in Beispiel 4 der Duftstoff auf das Gemenge aus Natriumhydrogencarbonat und Sorbit aufgesprüht wurde. Unter weiterem Mischen wurden dann die übrigen Bestandteile gemeinsam eingetragen. Das Verpressen der Tabletten erfolgte auf einer Exzenterpresse Typ Ek IV der Firma Korsch mit einer Preßkraft von 30—50 kN.

Die Tabletten waren sämtlich bruchfest und ausreichend abriebstabil. Sie ließen sich rückstandsfrei sowohl in den Hauptwaschgang als auch in den Nachspülgang unterschiedlicher handelsüblicher Waschmaschinen einspülen und lösten sich in kaltem Wasser schnell und vollständig auf. Auf der Wäsche verblieben keine sichtbaren Rückstände.

Patentansprüche

1. Duftstoffe enthaltende Tablette, gekennzeichnet durch einen Gehalt an Sorbit als Trägermaterial und einen Gehalt an einem Gas entwickelnden Sy-

stem aus Carbonat und/oder Bicarbonat und einer Säure.

2. Tablette nach Anspruch 1, bei der das Gas entwickelnde System aus der Kombination NaHCO₃ und Zitronensäure besteht.

3. Tablette nach einem der Ansprüche 1 oder 2, enthaltend

3 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-% Parfümöl,

15 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 35 Gew.-% Sorbit und

20 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 65 Gew.-% Gas entwickelndes System.

4. Tablette nach Anspruch 3, enthaltend 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.-% an mikrokristalliner Zellulose.

5. Tablette nach Anspruch 3, enthaltend 0 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-% an Emulgator.

6. Verfahren zur Herstellung einer Tablette gemäß Anspruch 1, bei dem der Sorbit in Pulverform in einem Mischaggregat allein oder zusammen mit weiteren festen Bestandteilen vorgelegt und unter Bewegung mit dem flüssigen Duftstoff besprüht wird, das Gemenge dann mit den übrigen Bestandteilen vermischt und schließlich in einer Tablettenpresse zu Tabletten verpreßt wird.

This Page Blank (uspto)